

EDICT OF GOVERNMENT

In order to promote public education and public safety, equal justice for all, a better informed citizenry, the rule of law, world trade and world peace, this legal document is hereby made available on a noncommercial basis, as it is the right of all humans to know and speak the laws that govern them.

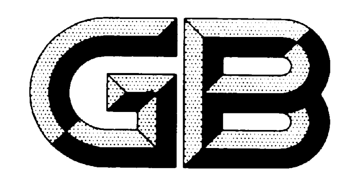
GB 5009-81 (2010) (Chinese): National Food Safety Standard: Method for analysis of hygienic standard of stainless steel food containers and table wares

知識

BLANK PAGE



PROTECTED BY COPYRIGHT



中华人民共和国国家标准

GB 5009.81—××××

食品安全国家标准
不锈钢食具容器分析方法

National food safety standard

Method for the analysis of stainless steel food containers and tableware

（征求意见稿）

××××-××-××发布　　××××-××-××实施

中华人民共和国卫生部　发布

前　　言

本标准代替GB/T 5009.81-2003《不锈钢食具容器卫生标准的分析方法》。

本标准与GB/T 5009.81-2003相比主要技术差异如下：

——增加火焰原子吸收光谱法（铅的测定）、石墨炉原子吸收光谱法（镉的测定）、氢化物原子荧光光度法（砷的测定）、银盐法（砷的测定）；

——删除铅的双硫腙比色法、镍的丁二酮肟比色法、砷斑法；

——对石墨炉法（铅、镍、铬的测定）进行了修订；

——对计算公式进行了修订，单位改为mg/dm^2。质量浓度表示符号由c改为ρ；

——删除了感官检验；

——增加了方法的检出限。

本标准所代替的历次版本发布情况为：

——GB/T 11681- 1989；

——GB/T 5009.81-2003。

食品安全国家标准
不锈钢食具容器分析方法

1 范围

本标准规定了不锈钢食具容器的分析方法。

本标准适用于以不锈钢为主体制成的各种炊具、餐具、食具及其他接触食品的容器和机械设备各项安全指标的测定。

2 规范性引用文件

本标准中引用的文件对于本标准的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本标准。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

3 试样的制备

3.1 采样方法

对形状、大小相同的产品按产量的 0.1％ 随机取样，小批量生产，每次取样不少于 6 件，容量小于 500 mL 的取 10 件。采样时应记录产品名称、生产日期、批号、钢号、生产厂商。试样一式三份供检验、复验与备查或仲裁之用。

3.2 浸泡条件

3.2.1 试剂

4％(V/V)乙酸：量取冰乙酸 4 mL 或 36％(V/V)乙酸 11 mL，用水稀释至 100 mL。

3.2.2 试样制备

试样用自来水冲洗后用餐具洗涤剂清洗，再用自来水反复冲洗后，再用蒸馏水或无离子水冲 2～3 次，置烘箱中烘干备用。

器形规则，便于测量计算表面积的食具容器，按 GB/T5009.156—2003 中第 4 章计算浸泡面积，并注入水测量容器容积(以容积的 2/3 ～4/5 为宜)。记下面积、容积，把水倾去，滴干。

器形不规则，容积较大或难以测量计算表面积的制品，可采其原材料(板材)或取同批制品中(使用同类钢号为原料的制品)有代表性制品裁割一定面积板块作为试样，浸泡面积以总面积计，板材的总面积不要小于 $50cm^2$。将板材分别放人合适体积的烧杯中，加浸泡液的量按每平方厘米 2 mL 计。如两面都在浸泡液中，总面积应乘以 2，把煮沸的 4％乙酸倒入成品容器或盛有板材的烧杯中，加玻璃盖，小火煮沸 0.5 h，在煮沸过程中因蒸发损失的 4％乙酸浸泡液应随时补加，取下，补充 4％乙酸至原体积，室温放置 24h，将以上试样浸泡液倒入洁净玻璃瓶中供分析用。

4 铅

4.1 石墨炉原子吸收光谱法

4.1.1 原理、试剂、仪器

同 GB/T 5009.12—2003 中第 2 章、第 3 章、第 4 章。

4.1.2 分析步骤

可将浸泡液直接注入石墨炉，按 GB/T 5009.12—2003 中 5.3 进行测定。

4.1.3 结果计算

试样浸泡液中铅含量按式（1）进行计算。

$$X = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times V \times 100}{S \times 1000 \times 1000} \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：

X——试样浸泡液中铅的含量，单位为毫克每平方分米(mg/dm^2)；

ρ_1——测定样液中铅含量，单位为纳克每毫升(ng/mL)；

ρ_0——试剂空白液中铅的含量，单位为纳克每毫升(ng/mL)；

V——试样浸泡液的总体积，单位为毫升(mL)；

S——与试样浸泡液接触的试样面积，单位为平方厘米(cm^2)。

计算结果保留两位有效数字。

4.1.4 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 20%。

4.1.5 其它

本标准的检出限为 0.0002 mg/dm^2。

4.2 火焰原子吸收光谱法

4.2.1 原理、试剂、仪器

同 GB/T 5009.12—2003 中第 14 章、第 15 章、第 16 章。

4.2.2 分析步骤

按 GB/T 5009.12—2003 中第 17 章操作，可将浸泡液直接注入原子吸收分光光度计进行分析，当灵敏度不足时，取一定量浸泡液经蒸发、浓缩、定容后再进行测定。

4.2.3 结果计算

试样浸泡液中铅的含量按式（2）进行计算。

$$X = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times V \times 100}{S \times 1000} \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：

X——试样浸泡液中铅的含量，单位为毫克每平方分米(mg/dm^2)；

ρ_1——测定样液中铅含量，单位为纳克每毫升(μg/mL)；

ρ_0——试剂空白液中铅的含量，单位为纳克每毫升(μg/mL)；

V——试样浸泡液的总体积，单位为毫升(mL)；

S——与试样浸泡液接触的试样面积，单位为平方厘米(cm^2)。

计算结果保留两位有效数字。

4.2.4 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 20%。

4.2.5 其它

本标准的检出限为 0.03 mg/dm^2。

5 镉

5.1 石墨炉原子吸收光谱法

5.1.1 原理、试剂、仪器

同 GB/T 5009.15—2003 中第 2 章、第 3 章、第 4 章。

5.1.2 分析步骤

将浸泡液直接注入石墨炉，按 GB/T 5009.15—2003 中 5.3 进行测定。

5.1.3 结果计算

试样浸泡液中镉含量按式（1）进行计算。

5.1.4 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 20%。

5.1.5 其它

本标准的检出限为 0.000009 mg/dm^2 。

5.2 火焰原子吸收光谱法

5.2.1 原理

浸泡液中镉离子导入原子吸收分光光度计中被原子化以后，吸收 228.8nm 共振线，其吸收量与测试液中的含镉量成比例关系，与标准系列比较定量。

5.2.2 试剂

5.2.2.1 镉标准溶液

准确称取 0.1142g 氧化镉，加 4mL 冰乙酸，缓缓加热溶解后，冷却，移入 100mL

容量瓶中，加水稀释至刻度。此溶液每毫升相当于 1.00mg 镉。

5.2.2.2 镉标准使用液

吸取 1.0mL 镉标准溶液，置于 100mL 容量瓶中，加 4%(V/V)乙酸稀释至刻度，此溶液每毫升相当于 10.0μg 镉。

5.2.3 仪器

原子吸收分光光度计

5.2.4 分析步骤

5.2.4.1 标准曲线的制备

吸取 0、0.50、1.00、3.00、5.00、7.00、10.00mL 镉标准使用液,分别置于 100mL 容量瓶中，加 4%(V/V)乙酸稀释至刻度，混匀, 每毫升各相当于 0、0.05、0.10、0.30、0.50、0.70、1.00μg 镉，将仪器调至最佳条件进行测定，根据对应浓度的峰高，绘制标准曲线。

5.2.4.2 试样测定

将仪器调至最佳条件，将浸泡液直接导入原子吸收分光光度计进行分析，当灵敏度不足时，取一定量浸泡液经蒸发、浓缩、定容后再进行测定，与标准曲线比较定量。

测定条件：波长 228.8nm，灯电流 7.5mA，狭缝 0.2nm，空气流量 7.5L/min，乙炔气流量 1.0L/min，氘灯背景校正。

5.2.5 结果计算

试样浸泡液中镉含量按式（2）进行计算

5.2.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 15%。

5.2.7 其它

本标准的检出限为 0.002 mg/dm^2。

6 镍

6.1 方法

石墨炉原子吸收光谱法

6.2 原理、试剂、仪器

同 GB/T 5009.138—2003 中第 2 章、第 3 章、第 4 章。

6.3 分析步骤

将浸泡液直接注入石墨炉，按 GB/T 5009.138—2003 中 6.2、6.3 进行测定。

6.4 结果计算

试样浸泡液中镍含量按式（1）进行计算。

6.5 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10％。

6.6 其它

本标准的检出限为 0.0006 mg/dm^2。

7 铬

7.1 石墨炉原子吸收光谱法

7.1.1 原理、试剂、仪器

同 GB/T5009.123—2003 中第 2 章、第 3 章、第 4 章。

7.1.2 分析步骤

将浸泡液直接注入石墨炉，按 GB/T5009.123—2003 中 5.2.3、5.3 进行测定。

7.1.3 结果计算

试样浸泡液中铬含量按式（1）进行计算。

7.1.4 精密度

在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

7.1.5 其它

本标准的检出限为 0.0001 mg/dm^2。

7.2 二苯碳酰二肼比色法

7.2.1 原理

以高锰酸钾氧化低价铬为高价铬(Cr^{6+})，加氢氧化钠沉淀铁，加焦磷酸钠隐蔽剩余铁等，利用二苯碳酰二肼与铬生成红色络合物，与标准系列比较定量。

7.2.2 试剂

7.2.2.1 2.5 mol/L 硫酸

取 70 mL 优级纯硫酸，边搅拌边加入水中，放冷后加水至 500 mL。

7.2.2.2 3 g／L 高锰酸钾溶液

称取 0.3 g 高锰酸钾加水溶解至 100 mL。

7.2.2.3 200g／L 尿素溶液

称取 20.0g 尿素加水溶解至 100 mL。

7.2.2.4 100g／L 亚硝酸钠溶液

称取 10.0 g 亚硝酸钠加水溶解至 100 mL。

7.2.2.5 饱和氢氧化钠溶液

7.2.2.6 50 g /L 焦磷酸钠溶液

称取 5 g 焦磷酸钠($Na_4P_2O_7 \cdot 10H_20$)，加水溶解至 100mL。

7.2.2.7 二苯碳酰二肼溶液

称取 0.5g 二苯碳酰二肼溶于 50 mL 丙酮中，加水 50 mL，临用时配制，保存于棕色瓶中，如溶液颜色变深则不能使用。

7.2.2.8 铬标准溶液

配制方法同 GB/T 5009.123—2003 中第 3 章，使用液浓度为每毫升相当于 10μg 铬。

7.2.3 仪器

7.2.3.1　分光光度计。

7.2.3.2　3 cm 比色杯

7.2.3.3　25 mL 具塞比色管

7.2.4 分析步骤

吸取铬标准使用液 0、0.25、0.50、1.00、1.50、2.00，2.50、3.00 mL，分别移人 100 mL 烧杯中，加 4％(*V/V*)乙酸至 50 mL，以下按（7.2.5）自“加玻璃珠 2 粒……”操作。以吸光度为纵坐标，标准浓度为横坐标，绘制标准曲线。

7.2.5 测定

取试样浸泡液 50mL 放人 100mL 烧杯中，加玻璃珠 2 粒，2 mL 硫酸(2.5 mol/L)，　高锰酸钾(3g/L)溶液数滴，混匀，加热煮沸至约 30mL(微红色消失时，再加 3g/Ｌ高锰酸钾液呈微红色)，放冷，加 25mL 尿素溶液(200g/L)，混匀，滴加 100g/L 亚硝酸钠溶液至微红色消失，加饱和氢氧化钠溶液呈碱性(pH=9)，放置 2 h 后过滤，滤液加水至 100mL，混匀，取此液 20mL 于 25 mL 比色管中，加 1 mL 硫酸(2.5mol/Ｌ)，1mL 焦磷酸钠溶液(50g/Ｌ)，混匀，加 2mL 二苯碳酰二肼溶液(5g/L)，加水至 25mL，混匀，放置 5miｎ,于 540nm 处测定吸光度，另取 4％乙酸溶液 100mL 同上操作，作为试剂空白，调节零点。

7.2.6 结果计算

试样浸泡液中铬的含量按式（3）进行计算。

$$X=\frac{(m_1-m_2)\times V\times 100}{S\times V_1\times 1000} \quad\cdots\cdots(3)$$

式中：

X——测定时所取试样浸泡液中铬含量，单位为毫克每平方分米(mg / dm^2)；

m_1——测定时试样液中相当于铬的质量，单位为微克(μg)；

m_0——测定时试剂空白液中相当于铬的质量，单位为微克(μg)；

V_1——测定时取样液的体积，单位为毫升(mL)；

V——试样浸泡液的总体积，单位为毫升(mL)；

S——与试样浸泡液接触的试样面积，单位为平方厘米(cm^2)。

计算结果保留两位有效数字。

7.2.7 精密度

在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

7.2.8 其它

本标准的检出限为 0.8μg。

8 砷

8.1 氢化物原子荧光光度法

8.1.1 原理、试剂、仪器

同 GB/T 5009.11—2003 中第 2 章、第 3 章、第 4 章。

8.1.2 分析步骤

按 GB/T 5009.11—2003 中第 5 章操作。

8.1.3 结果计算

试样浸泡液中砷含量按（1）进行计算。

8.1.4　精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10％。

8.2 银盐法

8.2.1 原理、试剂、仪器

同 GB/T 5009.11—2003 中第 9 章、第 10 章、第 11 章。

8.2.2　分析步骤

按 GB/T 5009.11—2003 中第 13 章操作。

8.2.3　结果计算

试样浸泡液中砷含量按（2）进行计算。

8.2.4 精密度

在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10％。

8.2.5 其它

本标准的检出限为 0.0004 mg/dm^2。
